# **REST AVAILABLE COPY**

### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-063171

(43) Date of publication of application: 29.02.2000

(51)Int.CI.

CO4B 35/053 C23C 14/24

H01J 11/02

(21)Application number: 10-226646

(71)Applicant: MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing:

11.08.1998

(72)Inventor: TAKENOUCHI TAKEYOSHI

OOMISONO HITOSHI

#### (54) POLYCRYSTALLINE MGO VAPOR DEPOSITING MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To scarcely cause splash and form an MgO film to be formed into an almost uniform thickness even by depositing a vapor by an electron beam vapor deposition method.

SOLUTION: This MgO vapor depositing material comprises a sintered compact pellet of a polycrystalline MgO having ≥99.90% of MgO purity, especially ≤30 ppm content of carbon and ≥98% relative density. Furthermore, contents of impurities contained in the sintered compact pellet of the polycrystalline MgO are respectively ≤150 ppm each of Si and Al impurities expressed in terms of element concentrations, ≤200 ppm of Ca impurity expressed in terms of the element concentration, ≤50 ppm of Fe impurity expressed in terms of the element concentration, ≤10 ppm each of Cr, V and Ni impurities expressed in terms of the element concentrations, ≤20 ppm each of Na and K impurities expressed in terms of the element concentrations and ≤150 ppm of Zr impurity expressed in terms of the element concentration.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

31.03.2000

· [Date of sending the examiner's decision of

rejection] [Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3314728

[Date of registration]

07.06.2002

[Number of appeal against examiner's decision

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本**四特**許介(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開器母 特開2000-63171

(P2000-63171A)

元77-1"(参考)

A 4G030

E 4K029

B 50040

(43)公開日 平成12年2月29日(2000.2.29)

(51) Int.Cl.7 鐵別配号 F.I COAB 35/053 C 0 4 B 35/01 C28C 14/24 C 2 3 C 14/24 11011 11/02 JIO L J 11/02

新姿荷求 未請求 耐北項の数2 OL (金 6 页)

(21)出職器号

(22)川瀬田

特膜平10-226646

平成10年8月11日(1998.8.11)

(71)出版人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都平代田区大手町1丁目5番1号

(72)発明者 竹之内 武職

埼玉県大古市北段町一丁目297番地 三姿

マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 近江盟 仁

埼玉県大宮市北袋町一丁目297番地 三姿

マチリアル株式会社総合研究所内

(74) 作號人 100107755

**护理上 町野 殿** 

最終質に絞く

(54) 【発明の名称】 多粧品M & O 蒸着材

ラッシュが殆ど発生せずかつ成膜されるMeO膜の厚さ を略均一に形成できる。

【解決手段】 本発明の多結晶Mg 0 窓等好はMg 0 柱 度9 B、 B 0 %以上、特に、カーボン全が3 O p p m以 下であい、かつ相対密度が9.8%以上の多結晶Mg 0 の 焼桔体ベレットからなる。更に夕桔島Mg〇の焼桔体ベレットに含まれる。SI及びAIの不純物がそれぞれ元 森道度で150ppm以下、Ceの不純物が元泉遠度で 200ppm以下、Feの不純物が元業過度で50pp m以下、Cr、V及びNIの不純物がそれぞれ元素過度 で10ppm以下、Ne及びKの不純物がそれぞれ元素 遺廃で20ppm以下、Zrの不軽物が元素遺産で15 Oppm以下である。

【特許請求の範囲】

【請求語 1】 MをO純度99. 90%以上でカーボン登が30ppm以下であり、かつ相対密度が98%以上の今結晶MをOの焼結体ペレットからなる今結晶MeO 森主林.

【詩求項 2】 夕結晶Mg Oの焼結体ペレットに含まれる、SI及びAIの不純物がそれぞれ元素譲渡で150 ppm以下であり、Ceの不純物が元素渡度で200 pm以下であり、Feの不純物が元素渡度で50 ppm以下であり、Cr、V及びNIの不純物がそれぞれ元衆渡度で10 ppm以下であり、Ne及びKの不純物がそれぞれ元素渡度で10 ppm以下であり、Zrの不純物級度で150 ppm以下である諸求項 1記載の多結晶Mg で 150 ppm以下である諸求項 1記載の多結晶Mg で 20 高表材。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、AC型のプラズマディスプレイパネルのMeの膜の成映に適した多結晶Meの悪害材に関するものである。

100021

【従来の技術】近年、液晶(Liquid Crystal Displey LCD)をはじめとして、各種の平面ディスプレイの研究開発と実用化はめざまして、その生産も急増している。カラープラスマディスプレイパネル(PDP)についても、その開発と実用化の動きが最近活発になっている。PDPは大型化し尽く、ハイビジョン用の大画面撃掛けテレビの最短距離にあり、既に対角40インチクラスのPDPの試作が進められている。PDPは、電極構造の点で金属電極がガラス誘聴体材料で積われる人で型と、放電空間に金属電極が露出しているDC型とに分類される。

【0004】 現在、AC型PDPの上記保護膜として、 単結晶MgOの破砕品を蒸差材とする電子ビーム 蒸き法 により成膜されたMgO膜が知られている。この電子ビ ーム 蒸巻法によるMgO膜は1000プングストローム /分以上の高速で成膜することができる。また成膜され たMgO膜の結晶分位は(111) 即に配向した膜が最 も低い維持電圧で駆動でき、更に関中に存在する(111)面の量が増えるほど二次電子の放出比は増大し、駆動電圧も調かすると言われている。なお上記単結晶Mgのの破砕品は純度が98%以上のMeのクリンカや経験Mgの(1000で以下で焼詰されたMgの)で持極することにより、即ち電融によりインゴットとした後、このインゴットから単結晶部を破砕して取出すことにより製造される。

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記従来の単 語島M € ○の破砕品を落塞材として用いた電子ビーム 本 着法では、単語品M € ○がカーボン電極棒によるアーク 溶融で製造するため、単語品中のカーボン量は100p っm以上存在し、電子ビーム で恋毒した膜中にもかなりのカーボン量が存在する。カーボンかMe O膜中にかなりな存在するとプラスマ放電時、膜表面層近傍に存在する 電荷を映中に取り込み易く(トラップし易く) 電子の衝 突頻度が低下し、ついては2次電子の放出係数が下がる ため、故電電圧を高くしなければならない問題があっ た。また恋春材に局所的に高エネルギーを与えるため、 微粉の蒸着材の飛散 (スプラッシュ) が発生し、煮着効 率が低下する不具合があった。このスプラッシュの発生 の防止には恋害材の大型化が有効であると考えられてい るが、単結晶Me Oはその製造過程として、電気溶融後 かなり長時間自然放置する状態を経て、大型インゴット かなり長時回目然歌道する状態をはく、大学インコンドな冷却は、更にそのインゴッドから単結晶部分を破砕して取り出し、整粒する工程がある。その際、フレッシンな破砕回は活性度が高く、大気中の水分や炭酸ガスが長時間にわたって付きするため、高着前の脱気工程で、これらの付着した水分、炭酸ガスがかなり放出されるため、脱気にかなりの時間を超り、生産性を向上する上での、脱気にかなりの時間を超り、大生産性を向上する上で、 問題視されている。 その粉砕品では現行の粒径す~5m mより大きな粒子を、歩智り良く安定して確保すること が困難であった。また上記従来の単結晶MeOの破砕品 を蒸着材として用いた電子ビーム 恋名法では、大面積の ガラス誘電体層に対してMeO膜を均一に成膜すること が難しく、映度分布に問題があった。この結果、Me O 膜を成膜したガラス誘電体層をPDPに組み込んだ場合 に、電気的特性、例えば放電開始電圧や維持電圧が、高 くなったり或いは変化したりする問題点があった。 【0006】 一方、Me 0クリンカや経焼Me 0は、海 水から得られるMe.CI2を原料としていることが多 く、このMe.CI2には比較的多くのCa、SI、Fe 等の不純物が含まれるため、これらの不純物が単結晶M e O 中に残留する。また単結晶M e O の製造過程におけ るインコットでは、このインゴットの中心から表面部に 向かって連続的に不純物量が増加しており、このため単 結晶部の取り出し方によって製品の純度が極めて容易に 変動してしまい、単結晶Me0の純度の安定性や信頼性 を欠く問題点があった。

【DOOB】本発明の目的は、電子ビーム 杰者法にて恋 ましても、スプラッシュを発生させずに高速でかつ均一に成版できる多結晶Me O 恋客材を提供することにある。本発明の別の目的は、成版されたMe O 限の版材性を向上できる多結晶Me O 恋客材を提供することにあ

[0000]

【課期を解決するための手段】請求項 1に係る発明は、MeiO 純度が99、90%以上でカーボン量が30-ppm以下であり、かつ相対密度が98%以上の多結晶Me O 密急材である。この請求項 1に配載された多結晶Me O 密急材では、高純度かつ高密度の多結晶Me O 密急材を用いてA C型P D P 等のMe O 限を成映すると、スプラッシュが極めて少なく高速で安定した成映ができる。また联厚分布を向上できるので、略均一な映質を有するMe O 供を得ることができる。

100101 諸求項 2に係る発明は、請求項 1に係る発明であって、更に、多結晶MeOの焼館体ベレットに含まれる、5+及びAIの不建物がそれぞれ元素遊度で100m以下であり、Ceの不建物が元素遊度で200m以下であり、Cr、V及びNIの不維物がそれぞれ元素遊度で100m以下であり、Ne及びKの不純物がそれぞれ元素遊度で200pm以下であり、Zrの不純物がそれぞれ元素遊度で200pm以下であり、Zrの不純物がそれぞれ元素遊度で200pm以下であることを特徴とする。この請求項 2に記載された多結晶Mic O無名付では、試験されたMeO関に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMeO関の取得性は向上する。

[発明の実施の形態] 次に本発明の実施の形態を詳しく 説明する。本発明の多結晶Meiの窓高材はMeiの性質が ロョ・ヨロ短以上、特に、カーボン量が30 ロロが以下 であり、かつ相対密度が98%以上の多結晶Meiのの焼 結体ペレットからなる多結晶Me O窓裏材。

【〇〇12】 今結晶M & Oの焼結株ペレットに含まれる不純物(SI、AI、Ca、Fa、Cr、V、NI、Ne、K、C、及びZr)の含有型は合計で850.ppm以下あることが好ましい。また上記不純物の個別的な含有量は、SI及びAIの不純物がそれぞれ元素濃度で200pm以下であり、Feの不純物が元素濃度で200pm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50pm以下であり、Na及びKの不純物が元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物が元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Na及びKの不純物が元素濃度で150ppm以下であることが好まい。上記各不純物が元素濃度で上記値を越えると、Mg、O整点が表現では150ppm以下であるとが好まい。上記各不純物が元素濃度で近限したガラス基板をパネルに組み込んだときに、映質にはらつきが生じるためは、電気的特性、例えば駆動電圧が高くなったり或しは、不安定になったりする不具合がある。

【実施例】以下、本発明を実施例及び比較例を挙げて、 本発明をより具体的に説明するが、本発明はその要旨を 越えない限り、以下の実施例に限定されるものではな

【0014】 <実施例2>実施例1と同様に調整したスラリーを実施例1と同一のボールを使用したボールミルにて24時間選式場合した後、スプレードライヤにで破録能繰して平均位径200μmの道址粉末を得た。この造址粉末を伸た。この造址粉末を伸た。この流が粉末を伸ん。1000Kg/cm2で一軸プレス域形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼焙体ベレットを実施例2とした。

【0015】 <実施例3>実施例1と同様に調整したスラリーを実施例1と同一のボールを使用したボールミルにて24時間選式適合した後、スプレードライヤにて明報的場式で150mの適位粉末を得た。この適位粉末を得た。この適位粉末を得た。この原形物末を21円成形態度の原体、1500Kg/cm2でで1円成形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この原語体の円板を実施例3とした。

〈実施例4〉実施例1と同様に調整したスラリーを採押ミル(直播2mmのZrO足製ボール使用)にて1時間退式場合した後、スプレードライヤにて破職砂場して平均位径200円の退位粉末を得た。この遺位粉末を一地プレス成形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼結体ペレット

を実施例9とした。

【0018】〈実施例5〉実施例1と同様に顕遠したスラリーを実施例5と同一のボールを使用した撹拌ミルにて1時間選式場合した後、スプレードライヤにて開業を増して平均位後150μmの道位粉末を得た。この道位粉末を一抽プレス成形した。 発塩し、1000Kェ/cm2で一曲プレス成形した。 上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼粕体ベレットを実施例5とした。

【0.0.17】 <比較例 1 >実施例 1 と同様に調整したスラリーを実施例 1 と同一のボールを使用したボールミルにて 4 日時間選式退合した後、スプレードライヤにて映 駆乾燥して平均粒径ア 0 μmの追拉粉末を得た。次に得 られた遠植粉末をCIP成形装置の薄肉円筒状容器(内 後155mm、高さ8mm)に充塩し、1500Kg/ om2でCIP成形した。更にこの成形体を電気炉に入 れ、大気中1550でで3時間焼焙した。この焼結体の 円板を比較倒1とした。

へ比較例2>実施例1と同様に調整したスラリーを複字 ミル(直径3mmのZrO2製ポール使用)にて8時間 退式温合した後、スプレードライヤにて平均位径40μ mの遺位榜末を一軸プレス装置の型(内径6mm、深さ 3mm)に充填し、1000Kg/cm2で一軸プレス 成形した。焼摺は比較例1と同様に行った。この焼焙休 ペレットを比較例2とした。

≺比較例3→市販の電廠により製造された単結品MgO (純度99.3%)の破砕品を比較例3とした。この破砕品の直径は3~5mmであった。

【0018】<比較賦験と評価>

(e) 相封密度测定

実施制1~5及び比較例1~3で待られた規語体の円版、ペレット及び班較品の触度、相対密度をそれぞれ測定した。これらの結果を表1に示す。なお、純度は不終物の分析値より算出し、相対密度はトルエン中、アルキメデス法で測定した。また表1には実施例1~5及び比較例1~3の規語体の円板及びベレットの製造条件、即の規語条件を引きる対して、通過数率の平均位経及び成形体の規語条件を記載した。

[表1]

			NAT		MRONA		
		RADR	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	<b>点货包裹</b>		, , , , , ,	1
	2.64 <b>63</b> 1	€ metelli teams	S PPP (T	tum)	如称來作	K.R	anen
共用费!	# 1	5	20	80	2.20线链	32,0	99.0
ENH5	オール	5	21	200	<b>二段热路</b>	99,9	\$9.6
生既到自	ポール	. 6	21	150	二段制料	99.9	69.7
実施到4	被持	2	1	200	120016	69.6	59.8
类的到5	Mit.	2	1	160	- QK#	19.9	99.9
比較例 1	作-ル	å	48	70	-RATH IGNE - 1 by	149.2	97,0
JENN 2	inte	3	8	40	1600 C × 201 M	8.89	91.4
比较所引	THE	たよりだ	ゆきれた	<b>应料银剂</b>	食いの数計場	99.3	-

【0020】表1から明らかな様に、実施例1~5では製造工程での不純物の温入はなく、Mgの焼結体の純度は出発原料のMgの粉末に相応して全て99、90%以上であり、相対密度は99%以上まで緻密化した。一方、比較例2では、ボールミルや撹拌ミルで温合する時間やメディア後が不適切なたのに、製造工程で不純物が温入した。更に実施例1、3と比較例1、2から、相対

密度に関して二段階段語の方が一段階段結より好ましい ことが判った。

COD497/5/に 【ロロ21】(b) 不純物の分析 実施例3の塊結体と比較例2の焼結体及び比較例3の単 結晶Mgのの破砕品とに含まれる不純物を、原子吸光及 びじCP(誘導結合形プラズマ分析法、Induoti vely Coupled Plasma emiss ion spectrochemical analysis)によりそれぞれ分析した。その結果を来2に示さ

[0022]

[A2]

Acid to (Option)				<del></del>							
	85	. VI	্ৰ		Cr	V	Nī	Na	K	C	7.3
EMERE	18	15	21	24	7	8	8	0.4	1.0	26	. 6 .
1147612	200	Û	30	20	7.	8	8	0.5	1.1	23	£00
2500143	80	90	200	241	20	80	19	0.4	0.8	100	30

(0023) 表名から明らかな様に、実施例3では不純物の濃度が25ppm未満であったのに対し、比較例2では2で以外の不純物の濃度が30ppm以下であったが、不純物2での濃度ががなり高い800ppmを示した。また比較例3では不純物ですの濃度が390ppmと極めて高い値を示した。これは、比較例3の原料中にAI、Ca、Feが多量に含まれており、特にCaが多量に含まれているためである。

【0024】 (o) 成限したMeO膜の特性試験及びその放電性試験

実施例と、4及び5の焼結体ベレットと、比較例との焼結体ベレット、比較例2の巣結晶が2の破砕品とに、電子ビーム 高等法によりガラスを協に成取して5億類の下にG(Test E)を開かる。 (コーニングは7059がラス製)上にフォトリソグラフィにより「nsn複合酸化酶がらなる下地電極を100μmの間隔で厚ま1ルm、幅100μmに形成し、これらの下地電板を覆うように反応性Dのスパッタリングで厚き3μmのガラス層を形成した後、上記電子ビームを高法により関ーの成敗条件で厚ま7000オングスト

ローム のMe O 膜を成膜することにより作られた。 な お、Me O 膜の成膜条件は、加速電圧が1 5 KV、 窓毒 圧力が1×10-2Pa、窓路距離が500mmであっ た

【表3]

	战战平	数氧钢粉和E (V)	经营进度 人/分	スプラッシュ
	1.74	140	8200	KL.
<b>郑州约</b> 4	1.73	138	8600	RL
支持四 5	1.34	135	8400	#U
ILKHZ	1.68	166		少しあり
JAMES 18	1.06	184	2750	3,7

【0027】表3から明らかなように、比較例2及び3では居折率が1.65及び1.56であったのに対し、実施例2、4及び5では屈折率が1.7以上と向上した。また放電開始電圧は、実施例2、4及び5では比較例2、3と比べて10~20V程度低いことが判った。理に実施例の成映速度は比較例の的3倍の値が待られた。これは電子ビームが当った時に、比较例3の単結晶Me0の焼結体ペレットでは配向性がないために効率的なるの焼結体ペレットでは配向性がないために効率的なる関が可能となったためである。なお、実施例2、4及び5を用いてMeの映を成映した萎栃をPDFに組み込んだときの耐スパッタ性も良好で駆動電圧も低下した。

【0028】(d) Mgの限の联邦分布 実施例2の焼結体ペレットと、比較例2の焼結体ペレットと、比較例2の焼結体ペレットと比較例2の焼結体ペレットと比較例2の単結晶Mgの破路品とを、上記と同様に電子ビーム 悪き法によりガラス巻級に耐解した。このMgの限の限序分布をHe一Neレーザ(5328オングストローム)のエリブソにより測定した。この結果を表々に示す、なお、表4において各部の限序をガラス巻級中心の限度に対する比で示した。即ち、ガラス巻級中心の限度を1、0とし、各部の限度はこれに対する比で示した。

[0029] [表4]

	◆日のMeOロオデルラス系数十つのMeO以降					
ガラス異長中心からの形態(cm)	0	2	4	В		
実施到 2	1,00	0.98	C.35	0.96		
上校94 2	1.00	6.02 -	0.86	0.88		
共設的 3	1.00	0.95	0.90	0.78		

【0030】 適4から明らかなように、実施例2の選少 事 (パラツキ割合) は比較例2及び3より小さかった。 【0031】

m以下に、Feの不純物を元無遠底で500pm以下に、Cr、V及びNIの不純物をそれぞれ元素遠度で10ppm以下に、Ne及びKの不純物をそれぞれ元素遠度で20ppm以下に、Zrの不純物を元素遠度で150pm以下にすれば、成既されたMeO既に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMeO膜の膜特性は向上する。

【0033】更に純度が99、90%以上で平均位径が0.1~30mのMeの初末とバインダと有機溶線とを退合して源度が45~57運動をのスラリーを開整し、スラリーを開整して平均位径が50~300mの流位検末を得た後、この通位検末を形定の型に入れて所定の圧力で成形し、この成形体を所定の温度で挽信すれば、上記Meの純度が99、90%以上、特に、カーボン型が30ppm以下であ、りかつ相対密度が99%以上の多結品Meの連絡体を得ることができる。

フロントページの技き

F2 - 広 (書号) : 40,030 AA03 AA04 AA07 AA08 AA17 AA22 AA27 AA29 AA36 AA37

AA45 AA60 CA01 GA28 GA29 29 AA09 BA43 8808 8000 0805

4K029 AA09 BA43 8BD8 BOOD DB05

50040 GE07 KA04 KB08 KB19 KB30

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

De	efects in the images include but are not limited to the items checked:
	☐ BLACK BORDERS
	☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
	☐ FADED TEXT OR DRAWING
	BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
	☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
	☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
	☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
	☐ LÎNES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
	REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
	☐ OTHER:

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.